WO 2005/063863

AP20 Rec'd PCT/PTO 22 JUN 2006 Procédé d'élimination des polluants contenus dans

une pièce élastomère

La présente invention concerne un procédé pour éliminer les polluants contenus dans une pièce élastomère. Ce procédé convient à tous types de matériaux élastomères mais est appliqué de préférence aux joints d'étanchéité prévus dans les pompes.

Il est bien connu que la polymérisation des élastomères laisse subsister au sein de l'élastomère des monomères et des polymères de faible degré généralement toxique. En outre, dans le cas des élastomères, on utilise des agents de cuisson, à base de souffre ou de peroxyde, et d'autres additifs qui produisent des résidus au sein de l'élastomère. Ces résidus, tout comme les monomères et polymères de faible degré susmentionnés, ont un faible poids moléculaire par rapport aux polymères constituant l'élastomère.

Lorsque des pièces en élastomère sont destinées à entrer en contact avec certaines substances pharmaceutiques fragiles, ou qui doivent rester très pures, il est connu d'extraire les polluants, notamment ceux de faible poids moléculaire, avant de mettre en œuvre les pièces en élastomère, pour éviter que les polluants ne se mélangent à la substance pharmaceutique.

Ce procédé est utilisé en particulier pour les joints en élastomère destinés aux valves aérosols. En effet, les gaz propulseurs HFA associés parfois à de l'éthanol, peuvent être de bons solvants. Ils risquent donc de solvater les polluants contenus dans les joints élastomères et de les mélanger aux substances pharmaceutiques qui sont elles aussi solvatées ou en suspension dans ledit gaz propulseur.

Jusqu'ici, les produits utilisés pour extraire les polluants avant la mise en œuvre des joints étaient des CFC (Fréon 11 notamment), qui donnaient des résultats satisfaisants, mais qui on un effet néfaste sur la couche d'ozone de l'atmosphère, de sorte qu'il doivent être abandonnés pour des raisons environnementales.

La présente invention a pour but de remédier aux inconvénients précités par le biais d'une solution de substitution au CFC garantissant une élimination satisfaisante des polluants notamment de bas poids moléculaire, contenus dans les matériaux élastomères.

FEUILLE DE REMPLACEMENT (REGLE 26)

20

15

5

10

25

30

5

10

15

20

25

30

La présente invention a aussi pour but de fournir un procédé d'élimination des polluants contenus dans une pièce élastomère qui n'est pas destinée à venir en contact avec un gaz propulseur.

La présente invention a aussi pour but de fournir un procédé d'élimination de polluants contenus dans une pièce élastomère qui soit simple, et peu coûteux à mettre en œuvre, et aisément modulable en fonction du matériau à traiter.

La présente invention a donc pour objet un procédé d'élimination des polluants contenus dans une pièce élastomère, ledit procédé comportant une étape d'extraction des polluants par immersion de la pièce dans un solvant, ledit solvant étant de l'éthanol.

Avantageusement, ladite étape d'extraction est effectuée dans une colonne d'extraction dans laquelle circule de l'éthanol.

Avantageusement, ladite étape d'extraction est effectuée à une température comprise entre 20°C et 75°C, de préférence entre 25°C et 70°C.

Avantageusement, ladite étape d'extraction est conduite sur une durée comprise entre 1 heure et 72 heures, de préférence entre 2 heures et 48 heures.

Avantageusement, lesdits polluants sont des polluants de faible poids moléculaire.

Avantageusement, lesdits polluants sont des polluants de haut poids moléculaire.

Avantageusement, ladite pièce élastomère est un joint de pompe.

Avantageusement, l'éthanol est renouvelé en permanence pendant l'étape d'extraction des polluants.

Le procédé d'extraction de l'invention consiste à immerger les pièces élastomères dans de l'éthanol pendant un temps et une température donnés. Le but de cette immersion est d'éliminer un maximum de polluants. L'invention permet d'éliminer notamment les polluants de faible poids moléculaire, aussi appelés extractibles, sans affecter les propriétés des pièces élastomères traitées. Les polluants lourds, à haut poids moléculaire, peuvent aussi être supprimés efficacement par le procédé de l'invention. L'invention prévoit principalement

d'appliquer ce traitement à des joints n'entrant pas en contact avec des gaz propulseurs, tel que des joints de pompe. Alors que ce type de traitement a été utilisé dans l'art antérieur pour des joints de valve fonctionnant avec des gaz propulseurs, en particulier des gaz HFA, il n'a jamais été envisagé de l'appliquer à des joints de pompe, ceux-ci n'étant pas considérés comme susceptibles d'altérer les produits fluides avec lesquels ils sont en contact. Or, de manière surprenante, la présente invention permet d'améliorer considérablement les joints de pompe en diminuant l'interaction potentiellement néfaste entre les joints traités et les produits fluides qu'ils contactent. L'invention s'applique notamment à des élastomères, mais aussi à des matériaux non vulcanisés, tel que du caoutchouc non vulcanisé, permettant par la suite de réaliser des joints de pompe.

Un avantage particulier de l'invention est de renouveler en permanence l'éthanol pendant la phase d'extraction, ce qui permet d'améliorer l'extraction et de diminuer les temps de cycle du procédé. Ceci rend le procédé plus efficace et moins coûteux.

Divers résultats expérimentaux sont fournis sur les schémas 1, 2 et 3.

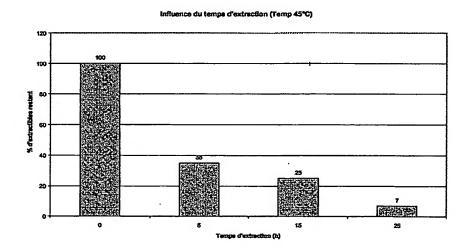
20

15

5

10

SCHEMA 1

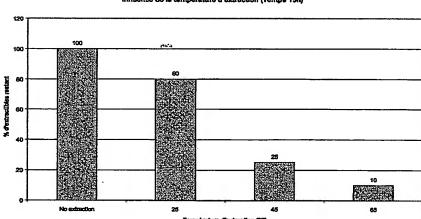


WO 2005/063863 PCT/FR2004/050753

Le schéma 1 représente le pourcentage d'extractibles restant sur un joint nitrile en fonction de la durée d'extraction.

Le schéma 1 montre qu'une mise en présence d'un joint nitrile avec de l'éthanol, à une température donnée de 45° par exemple, présente un effet extrêmement avantageux sur le niveau d'extraction des polluants contenus dans le joint. Au bout de 5 heures d'immersion dans l'éthanol, une forte diminution de la quantité d'extractibles contenue dans le joint est observée, le pourcentage d'extractibles restant tombant à 35%. Ensuite, les mesures expérimentales révèlent une diminution régulière du pourcentage d'extractibles passant à 25% d'extractibles restant au bout de 15 heures et à 7% d'extractibles restant au bout de 25 heures.

SCHEMA 2



Influence de la température d'extraction (Temps 15h)

15

20

5

10

Le schéma 2 représente le pourcentage d'extractibles restant sur un joint nitrile en fonction de la température d'extraction.

Ce schéma illustre l'influence de la température dans l'étape d'extraction à l'éthanol de polluants contenus dans un joint nitrile. En plaçant le joint nitrile dans l'éthanol pendant 15 heures à différentes températures, il peut être noté que

WO 2005/063863 PCT/FR2004/050753 5

le pourcentage d'extractibles restant varie en fonction de la température imposée. Les résultats expérimentaux montrent que plus la température de la réaction d'extraction est élevée, plus le pourcentage d'extractibles restant dans le joint est faible. Ainsi, une immersion du joint dans l'éthanol pendant 15 heures à 25°C engendre une élimination de 20% des extractibles soit un pourcentage d'extractibles restants de 80% alors que le pourcentage d'extractibles restants à 45°C et à 75°C atteint respectivement 25% et 10%.

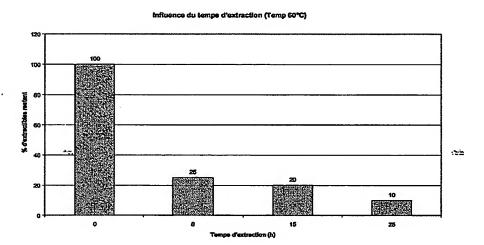
SCHEMA 3

10

15

20

5



Le schéma 3 représente le pourcentage d'extractibles restant sur un joint EPDM en fonction de la durée d'extraction.

Ce schéma 3 illustre enfin l'influence de la durée d'extraction sur le

niveau d'extractibles restants dans un joint EPDM. Ce schéma montre de manière identique au schéma 1 une chute du pourcentage d'extractibles restant lorsque la durée d'immersion dans l'éthanol du joint EPDM augmente. Ainsi, une immersion à 60°C pendant 8 heures se traduit par un pourcentage

d'élimination des polluants s'élevant à 75% soit seulement 25% de polluants

WO 2005/063863 PCT/FR2004/050753

conservés dans le joint, le pourcentage d'extractibles restant tombant à 20% et à 10% respectivement au bout de 15 heures et de 25 heures.

Il est à noter que la durée et la température d'extraction peuvent être établies en prenant en compte différents critères qui sont notamment le niveau d'extractibles restant final souhaité dans le joint et le type de matériau élastomère à traiter. Ainsi, certains matériaux tels que les nitriles sont plus sensibles à l'extraction à l'éthanol et des conditions trop sévères (durée longue, température élevée) sont alors susceptibles d'affecter les propriétés du joint tel que ses propriétés mécaniques.

5

10

L'invention a été décrite en référence à des exemples particuliers, mais l'homme du métier peut réaliser toutes modifications utiles sans sortir du cadre de la présente invention, tel que défini par les revendications annexées.

WO 2005/063863 PCT/FR2004/050753

Revendications

1.- Procédé d'élimination de polluants contenus dans une pièce élastomère, caractérisé en ce que ledit procédé comporte une étape d'extraction des polluants par immersion de la pièce dans un solvant, ledit solvant étant de l'éthanol.

5

2.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite étape d'extraction est effectuée dans une colonne d'extraction dans laquelle circule de l'éthanol.

10

3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel ladite étape d'extraction est effectuée à une température comprise entre 20°C et 75°C, de préférence entre 25°C et 70°C.

4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite étape d'extraction est conduite sur une durée comprise entre 1 heure et 72 heures, de préférence entre 2 heures et 48 heures.

15

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,
dans lequel lesdits polluants sont des polluants de faible poids moléculaire.

6.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel lesdits polluants sont des polluants de haut poids moléculaire.

7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite pièce élastomère est un joint de pompe.

20

8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'éthanol est renouvelé en permanence pendant l'étape d'extraction des polluants.

* * *